

①⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Patentschrift
⑪ DE 3629451 C2

⑤① Int. Cl. 4:
B 32 B 15/01
B 32 B 7/02
F 16 C 33/06

②① Aktenzeichen: P 36 29 451.9-16
②② Anmeldetag: 29. 8. 86
④③ Offenlegungstag: 21. 1. 88
④⑤ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 23. 2. 89

DE 3629451 C2

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

③① Unionspriorität: ③② ③③ ③①
15.07.86 CH 02 806/86-2

⑦③ Patentinhaber:
Balzers Hochvakuum GmbH, 6200 Wiesbaden, DE

⑦② Erfinder:
Bergmann, Erich, Dr., Mels, CH; Braus, Jürgen,
Dipl.-Ing., 6909 Walldorf, DE; Pfestorf, Harald,
Dipl.-Ing., 7101 Untereisesheim, DE

⑤⑥ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht gezogene Druckschriften:

DE 29 14 618 C2
DE 28 53 724 C3
DE 34 04 880 A1

ENGEL, Ulrich: Development and Testing of New
Multi-Layer Materials for Modern Engine Bearings,
Part 2, Copper-Lead-Three-Layer Bearings with
Sputtered Overlay, In: SAE Technical Paper Series,
Int. Congress and Exposition Detroit, Februar 1986,
S. 75-78;

⑤④ Verbundwerkstoff mit mindestens einer durch Kathodenzerstäubung (Sputtering) aufgetragenen Gleitschicht,
Verfahren zu seiner Herstellung und Verwendung derselben

DE 3629451 C2

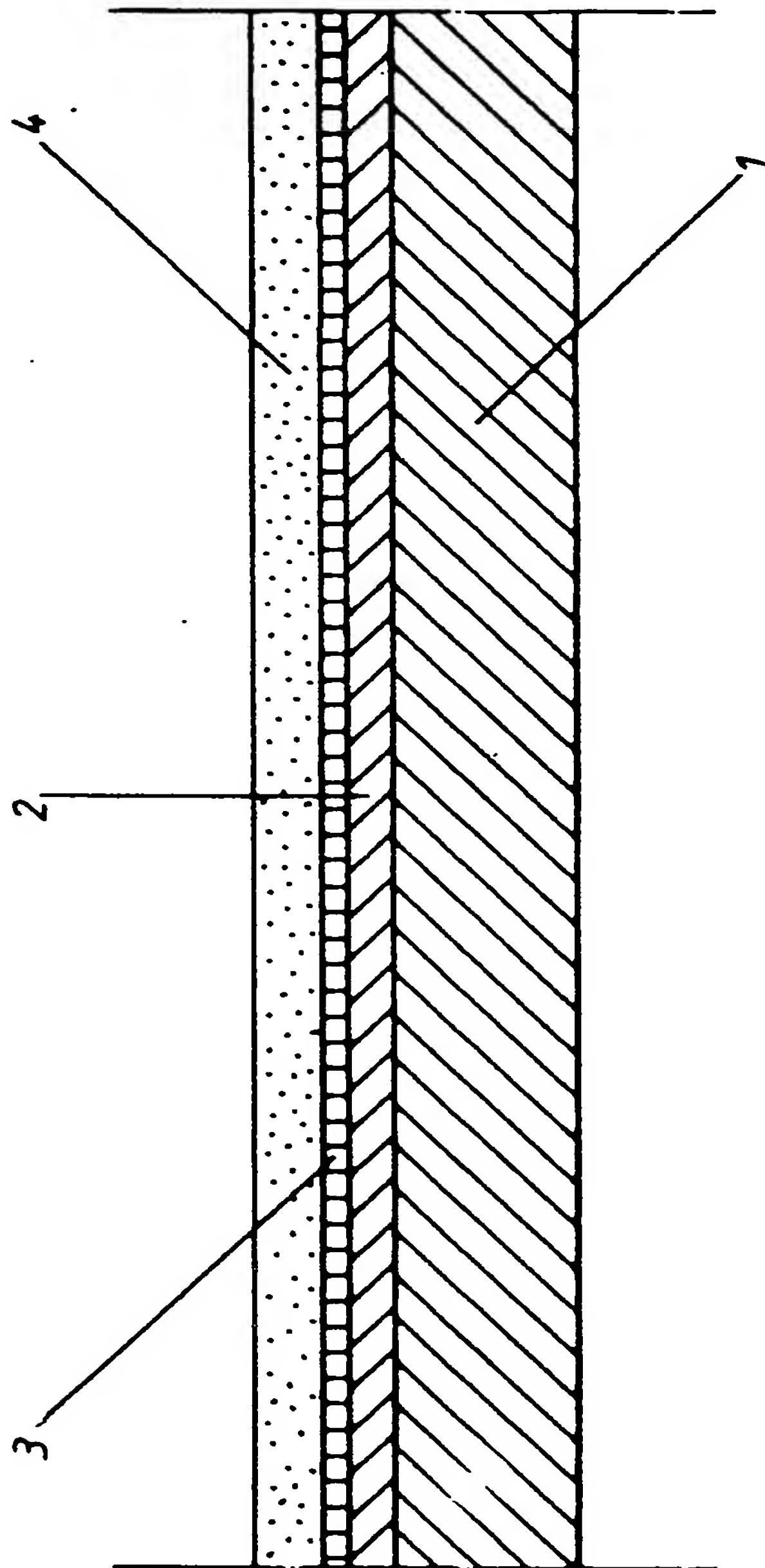


FIG : 1

Patentansprüche

1. Verbundwerkstoff mit mindestens einer durch Kathodenzerstäubung (Sputtering) aufgetragenen Gleitschicht, die aus einem Gemisch von in statistischer Verteilung aufgestäubten Teilchen aus
 — mindestens einem eine fest zusammengefügte Matrix bildenden metallischen Werkstoff
 — und mindestens einem weiteren metallischen Werkstoff besteht, der in festem Zustand praktisch nicht im Werkstoff der Matrix löslich ist,
 dadurch gekennzeichnet, daß
 (a) der in der Matrix unlösliche Werkstoff einen niedrigeren Schmelzpunkt aufweist als der Matrixwerkstoff und daß
 (b) der Durchmesser der Partikel aus dem in der Matrix unlöslichen Werkstoff eine statistische Normalverteilung mit einem Mittelwert von $\bar{x} < 0,8 \mu\text{m}$ aufweist.
2. Verbundwerkstoff nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der in der Matrix unlösliche Werkstoff als Hauptbestandteil mindestens eines der folgenden Elemente enthält: Zinn, Blei, Indium, Zink.
3. Verbundwerkstoff nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß der matrixbildende Werkstoff eine Legierung enthält, deren Hauptbestandteil mindestens eines der folgenden Elemente ist: Aluminium, Chrom, Nickel, Magnesium, Kupfer.
4. Verbundwerkstoff nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Gleitschicht eine Legierung mit einer der folgenden Zusammensetzungen enthält:
 AlCuSn, AlCuPb, AlCuSnPb,
 AlSiSn, AlSiPb, AlSiSnPb,
 CuSn, CuPb, CuSnPb.
5. Verbundwerkstoff nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Gleitschicht eine Schichtdicke zwischen 10 und 30 μm , vorzugsweise zwischen 12 und 16 μm aufweist.
6. Verbundwerkstoff nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Durchmesser der Partikel aus dem in der Matrix unlöslichen Werkstoff eine statistische Normalverteilung vorzugsweise mit einem Mittelwert \bar{x} zwischen 0,05 und 0,4 μm aufweist.
7. Verbundwerkstoff nach den Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Sauerstoffgehalt der Gleitschicht unter 0,2 Gewichtsprozenten liegt.
8. Verbundwerkstoff nach den Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß er zwischen dem Grundwerkstoff und der Gleitschicht eine Trägerschicht aus einem Werkstoff mit guten Notlauf Eigenschaften aufweist.
9. Verbundwerkstoff nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Trägerschicht eines der folgenden Elemente oder Werkstoffe enthält: Zinn, Blei, Antimon, Kupfer, Zinnbronzen, Zinnbleibronzen, Weißmetalle.
10. Verbundwerkstoff nach den Ansprüchen 8 und 9, dadurch gekennzeichnet, daß er zwischen dem Grundwerkstoff und der Gleitschicht zusätzlich zu der Trägerschicht eine durch Kathodenzerstäubung aufgetragene Diffusionssperrschicht aufweist.
11. Verbundwerkstoff nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Diffusionssperrschicht mindestens einen der matrixbildenden Werkstoffe nach Patentanspruch 3 enthält.

12. Verbundwerkstoff nach den Ansprüchen 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß er mehrere Gleitschichten aufweist.
13. Verfahren zum Herstellen von Verbundwerkstoffen nach den Ansprüchen 1 bis 12, bei dem die Gleitschicht durch Kathodenzerstäubung (Sputtering) auf die Unterlage aufgebracht wird, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur des Substrats während der Beschichtung unter 150°C liegt.
14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Beschichtungsgeschwindigkeit mehr als 0,2 $\mu\text{m}/\text{Minute}$ beträgt.
15. Verfahren nach den Ansprüchen 13 und 14, dadurch gekennzeichnet, daß die verschiedenen Werkstoffe der Gleitschicht gleichzeitig aufgebracht werden.
16. Verfahren nach den Ansprüchen 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß Targets eingesetzt werden, von denen wenigstens 50% sowohl den Hauptbestandteil der Matrix als auch den in der Matrix unlöslichen Werkstoff enthalten.
17. Verfahren nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß Targets eingesetzt werden, von denen wenigstens 50% eine Legierung mit einer der folgenden Zusammensetzungen enthalten:
 AlCuSn, AlCuPb, AlCuSnPb,
 AlSiSn, AlSiPb, AlSiSnPb,
 CuSn, CuPb, CuSnPb.
18. Verfahren nach den Ansprüchen 13 und 14, dadurch gekennzeichnet, daß die verschiedenen Bestandteile der Gleitschicht zeitlich nacheinander aufgebracht werden.
19. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Diffusionssperrschicht unter Verwendung der gleichen Targets aufgebracht wird wie die Gleitschicht.
20. Verfahren nach Anspruch 18 und 19, dadurch gekennzeichnet, daß die matrixbildende Komponente bei höherer Substrattemperatur aufgebracht wird als die in der Matrix unlösliche Komponente.
21. Verfahren nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß die matrixbildende Komponente vor der unlöslichen Komponente aufgebracht wird und die Substrattemperatur während des Beschichtungsvorganges abgesenkt wird.
22. Verfahren nach den Ansprüchen 18 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponenten mit den höheren Schmelzpunkten bei höheren Substrattemperaturen aufgebracht werden als die Komponenten mit niedrigerem Schmelzpunkt.
23. Verfahren nach den Ansprüchen 13 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß die Diffusionssperrschicht bei höheren Substrattemperaturen aufgebracht wird als die Bestandteile der Gleitschicht.
24. Verwendung des Verbundwerkstoffes nach den Ansprüchen 1 bis 12 in Gleitlagern.

Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf einen Verbundwerkstoff mit mindestens einer durch Kathodenzerstäubung (Sputtering) aufgetragenen Gleitschicht, die aus einem Gemisch von in statistischer Verteilung aufgestäubten Teilchen aus mindestens einem eine fest zusammengefügte Matrix bildenden metallischen Werkstoff und mindestens einem weiteren metallischen Werkstoff besteht, der in festem Zustand praktisch nicht im Werkstoff der Matrix löslich ist. Sie bezieht sich ferner auf ein Verfah-

ren zum Herstellen derartiger Verbundwerkstoffe sowie auf eine Verwendung derselben.

Gleitschichten als Oberflächenschichten von Verbundwerkstoffen finden beispielsweise Anwendung für Lagerschalen von Verbrennungsmotoren und müssen neben anderen folgende Eigenschaften aufweisen: geringere Härte als das Material der Welle, hohe Festigkeit gegenüber dynamischer Wechselbeanspruchung, hohen Scherwiderstand, Wärmestabilität der mechanischen Eigenschaften sowie hohe Korrosionsfestigkeit.

Diese Anforderungen erfüllen Mischungen aus Blei oder Zinn mit Metallen, die der Schicht durch Bildung einer zusammenhängenden Matrix mechanische Festigkeit verleihen, selbst korrosionsfest sind und keine Löslichkeit für Zinn oder Blei aufweisen, wie beispielsweise Aluminium, Chrom oder Nickel. Verbundwerkstoffe mit blei- oder zinnhaltigen Gleitschichten sowie Verfahren zu deren Herstellung mittels Kathodenzerstäubung (Sputtering) sind in den DE-PS 28 53 724 und 29 14 618 sowie in der DE-OS 34 04 880 beschrieben. Bei der Anwendung dieser Verfahren haben sich indessen erhebliche Schwierigkeiten hinsichtlich der Erzielung hoher Haftfestigkeit und Bindungsfestigkeit zwischen Unterlage und aufgebrachtener Gleitschicht ergeben. Diese Verfahren führen darüber hinaus zu einer verhältnismäßig groben Struktur der Gleitschicht, in welche Zinn- oder Bleibatzen von mehreren μm Durchmesser in Zufallsverteilung eingelagert sind. Eine derartige Schichtstruktur führt zu einer entsprechenden Beeinträchtigung der Korrosionseigenschaften.

Zwar ist im Stand der Technik weiter hervorgehoben worden, daß eine durch Kathodenzerstäubung aufgetragene Gleitschicht auf der Basis einer Legierungszusammensetzung von AlSn20 in einer konventionellen Stahl-CuPb-Dreischichtanordnung zumindest eine feinere Verteilung der Sn-haltigen Partikel aufweise als die nach den herkömmlichen Methoden aufgewalzten Schichten. Dennoch mußte eingeräumt werden, daß auch derartige Schichten zu schlecht definierten, heterogenen Mischungen von Aluminium und Zinn führten. Präzise Angaben über die mittlere Partikelgröße in derartigen Gleitschichten und über reproduzierbare Reaktionsbedingungen zu deren Herstellung sind bis heute nicht bekanntgeworden (vgl. U. ENGEL, Development and Testing of New Multi-Layer Materials for Modern Engine Bearings: Part 2 — Copper-Lead-Three-Layer Bearings with Sputtered Overlay, in SAE Technical Paper Series, Int. Congress and Exposition Detroit, February 24—28, 1986, Seiten 76 und 77).

Auch die im Stand der Technik vorgeschlagene Verstärkung der Matrix durch gezielte Einlagerung von Oxiden (Dispersionsverfestigung) hat in der Praxis zu erheblichen Schwierigkeiten geführt: So wurden zwar für eine Matrix aus Aluminium Konzentrationen der Oxidteilchen zwischen 0,1 und 0,5 Gewichtsprozenten vorgeschrieben (DE-PS 29 14 618, Spalte 5). Eine derartige Konzentration ist indessen bei der Fertigung großer Serien, beispielsweise von Gleitlagern, nur mit größten Schwierigkeiten oder überhaupt nicht zu kontrollieren. Dies wiederum führt im Ergebnis zu stark variierenden Schichteigenschaften und einer insgesamt unbefriedigenden Reproduzierbarkeit des Verfahrens zur Erzeugung der betreffenden Schichten.

Der Erfindung liegt dementsprechend die Aufgabe zugrunde, einen Verbundwerkstoff der im Gattungsbegriff umschriebenen Art dahingehend zu verbessern, daß seine Haftfestigkeit und Korrosionsfestigkeit wesentlich erhöht und die fehlende Reproduzierbarkeit der

Verfahren zu seiner Herstellung beseitigt wird.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch die folgenden Merkmale gelöst: (a) der in der Matrix unlösliche Werkstoff weist einen niedrigeren Schmelzpunkt auf als der Matrixwerkstoff, und (b) der Durchmesser der Partikel aus dem in der Matrix unlöslichen Werkstoff weist eine statistische Normalverteilung mit einem Mittelwert von $\bar{x} < 0,8 \mu\text{m}$ auf. Diese Aufgabe kann somit nicht einfach durch eine im Kathodenzerstäubungsverfahren gebildete Gleitschicht gelöst werden, sondern dadurch, daß dieser erfindungsgemäßen Gleitschicht in gezielter Weise spezifische Eigenschaften verliehen werden. Wie sich dabei überraschenderweise herausgestellt hat, erhalten die erfindungsgemäßen Gleitschichten im Gegensatz zu den im Stand der Technik offenbarten Schichten durch eine rund zehnmal feinere Verteilung der den unlöslichen Werkstoff enthaltenden Partikel ohne Beteiligung von Oxidteilchen die für Gleitlager notwendigen mechanischen Eigenschaften. Weist beispielsweise stranggegossenes AlSn20Cu eine Vickershärte von 35 und nach einer Dispersionsverfestigung mit Oxidteilchen eine solche von 130 auf (DE-PS 28 53 724 Spalte 6), so erreichen die erfindungsgemäßen Schichten ohne Beteiligung von Oxiden eine Härte von mindestens 180 Vickers ($\text{HV}_{0,1}$). Diese kann durch einen gezielten Zusatz von maximal 0,2 Gewichtsprozenten Oxiden auf gegen 200 gesteigert werden. Daneben zeigen die erfindungsgemäßen Schichten gegenüber den im Stand der Technik offenbarten eine wesentlich gesteigerte Anlaßbeständigkeit. Während eine 300stündige Wärmebehandlung bei 170°C bei konventionellen Gleitschichten zu einem erheblichen Härteabfall führt (vgl. DE-PS 28 53 724), sinkt die Härte der erfindungsgemäßen Schichten auch nach einer derartigen Wärmebehandlung nicht unter 170 Vickers.

Die erfindungsgemäßen Schichten weisen darüber hinaus eine wesentlich höhere Korrosionsfestigkeit als die durch Oxide dispersionsverfestigten Schichten auf, was auf die geringere Porengröße zwischen Matrix und unlöslichen Partikeln zurückzuführen ist. Durch die erreichte feine und gleichmäßige Verteilung der in der Matrix unlöslichen Partikel in der Gleitschicht wird es zudem möglich, beinahe beliebige Prozentsätze dieses unlöslichen Werkstoffes in die Schicht einzubauen, ohne daß die Gefahr entsteht, daß die Partikel durch mechanische Belastung, namentlich durch dynamische Wechselbelastung, aus dem Matrixmaterial herausgerissen werden oder daß dabei Risse infolge innerer Kerbwirkung in der Gleitschicht auftreten. Auf diesen Zusammenhängen beruht die gegenüber konventionellen Gleitschichten wesentlich gesteigerte Festigkeit der erfindungsgemäßen Gleitschichten gegenüber dynamischer Wechselbeanspruchung sowie die gesteigerte Wärmestabilität der mechanischen Eigenschaften dieser Schichten.

Im einzelnen kann die Erfindung derart ausgestaltet werden, daß als in der Matrix unlösliche Komponente mindestens eines der verhältnismäßig niedrig schmelzenden Elemente Zinn (Smp. $231,89^\circ\text{C}$), Blei (Smp. $327,4^\circ\text{C}$) oder Indium (Smp. $156,4^\circ\text{C}$) eingesetzt wird. Für Sonderanwendungen sind aber auch weitere niedrigschmelzende Metalle und ihre Legierungen nicht ausgeschlossen (Cadmium, Smp. $320,9^\circ\text{C}$, Wismut, Smp. $271,3^\circ\text{C}$, Thallium Smp. 302°C , Zink Smp. $419,5^\circ\text{C}$ und Gallium, Smp. $29,8^\circ\text{C}$). Die Erfindung weist besondere Vorteile für Verbundwerkstoffe oder -werkstücke auf, bei denen der matrixbildende Werkstoff eine herkömmliche Gleitlagerlegierung enthält, deren Hauptbestand-

teil mindestens eines der folgenden Elemente ist: Aluminium, Chrom, Nickel, Magnesium oder Kupfer. In der Praxis hat es sich als besonders vorteilhaft erwiesen, wenn die Gleitschicht insgesamt eine Zusammensetzung mit einer der folgenden Kombinationen aufweist: AlCuSn, AlCuPb, AlCuSnPb, AlSiSn, AlSiPb, AlSiSnPb, CuSn, CuPb, CuSnPb. Erfindungsgemäße Gleitschichten weisen vorzugsweise Schichtdicken zwischen 10 und 30 μm auf, wobei die untere Hälfte dieses Bereichs (12 bis 16 μm) für die meisten Anwendungsprobleme ausreicht. Die im Stand der Technik vorgeschlagene optimale Schichtdicke konventioneller Zweikomponentengleitschichten von 18 μm konnte insofern nicht betätigt werden (vgl. ENGEL, a. a. O. S. 76).

In Ausgestaltung der Erfindung weist der Durchmesser der Partikel aus dem in der Matrix unlöslichen Werkstoff eine statistische Normalverteilung vorzugsweise mit einem Mittelwert \bar{x} von 0,05 bis 0,4 μm auf, wobei die Experimente ergeben haben, daß mit einem erfindungsgemäßen Effekt noch bis etwa zu einem Wert von $\bar{x} < 0,8 \mu\text{m}$ gerechnet werden kann.

Aus dem Stand der Technik (DE-P 29 14 618, Spalte 5, DE-PS 28 53 724, Spalte 5) ist bekannt, daß Oxidgehalte zwischen 0,1 und 0,5% (Volumen) zu einer sogenannten Dispersionsverfestigung führen. Demgegenüber hat sich überraschenderweise gezeigt, daß erfindungsgemäße Schichten, bei deren Herstellung durch geeignete Maßnahmen (Verwendung von in Inertgasatmosphäre hergestellter Targets) der O_2 -Gehalt auf weniger als 0,2 Gewichts-% reduziert wurde, nicht nur gleiche, sondern wesentlich verbesserte mechanische Eigenschaften gegenüber derartigen dispersionsverfestigten Gleitschichten aufweisen. Die Verfestigung durch dispergierte Oxidteilchen kann also durch eine Verfestigung durch Reduktion des Durchmessers der implantierten Partikel substituiert werden.

Die erfindungsgemäßen Gleitschichten eignen sich besonders als Oberflächenschicht von Dreischichtengleitlagern, bei denen zwischen dem Grundwerkstoff (Lagerrücken) und der Gleitschicht eine Trägerschicht aus einem Werkstoff mit guten Notlaufeigenschaften unterlegt wird. Für diese unterlegte Schicht kommen verschiedenste Stoffzusammensetzungen in Betracht, wobei lediglich darauf zu achten ist, daß ihre Härte geringer ist als diejenige der Gleitschicht. Im einzelnen können diese Schichten Elemente wie Zinn, Blei, Antimon, Kupfer oder bekannte Legierungen, beispielsweise Zinnbronzen, Zinnbleibronzen (vgl. DIN 1705, 1716, 1718 und 17 662) oder Weißmetalle (vgl. DIN 1703) enthalten (vgl. M. J. NEALE (Hg.), Tribology Handbook, London 1975, Tabelle C-1). Die Brinellhärte dieser unterlegten Trägerschicht sollte dabei zwischen 30 und 100 kp/m^2 liegen.

Als vorteilhaft hat es sich weiter erwiesen, zwischen der Gleitschicht und dem Grundwerkstoff eine ebenfalls durch Kathodenzerstäubung aufgebrachte dünne Sperrschicht vorzusehen, welche ein Diffundieren von Material aus der Gleitschicht in den Grundwerkstoff bzw. in die unterlegte Trägerschicht verhindert. Diese Diffusionssperrschicht weist vorteilhafterweise eine Schichtdicke von etwa 2 μm auf und kann als Hauptbestandteil irgendeinen der matrixbildenden Werkstoffe der Gleitschicht enthalten. Als besonders geeignet haben sich dabei Zusammensetzungen aus Chrom und Nickel erwiesen. Diese Diffusionssperrschicht wird vorteilhafterweise zwischen der Gleitschicht und der ihr unterlegten Trägerschicht angebracht. Für Sonderanwendungen ist es jedoch nicht ausgeschlossen, diese

Sperrschicht zwischen der unterlegten Trägerschicht und dem Grundwerkstoff (Lagerrücken) anzubringen. Ebenso können für Sonderanwendungen mehrere Gleitschichten übereinander angeordnet werden.

Die Erfindung betrifft im weiteren ein Verfahren zum Herstellen der vorgeschlagenen Verbundwerkstoffe, bei dem die Gleitschicht durch Kathodenzerstäubung (Sputtering) aufgebracht wird. Die Aufgabe bei diesem Teil der Erfindung bestand dabei darin, die fehlende Reproduzierbarkeit der im Stand der Technik offenbarten Herstellungsverfahren zu beseitigen und dadurch zu Erzeugnissen mit konstanten mechanischen und Korrosionseigenschaften zu gelangen. Diese Aufgabe wird nach diesem Teil der Erfindung dadurch gelöst, daß die Temperatur des zu beschichteten Substrats während der Beschichtung unter 150°C gehalten wird. Wie sich überraschenderweise herausgestellt hat, führt eine derartige Reduktion der Substrattemperatur beim Kathodenzerstäubungsverfahren zu einer unerwartet großen Verminderung des mittleren Durchmessers der in der Matrix unlöslichen Partikel von mehreren μm auf Werte zwischen 0,05 und 0,8 μm und damit zu den erfindungsgemäßen Eigenschaften der aufgetragenen Gleitschicht wie höhere Wechselfestigkeit und Korrosionsbeständigkeit.

Neben dieser Reduktion der Beschichtungstemperatur trägt auch eine gegenüber dem Stand der Technik erhöhte Beschichtungsgeschwindigkeit (über 0,2 $\mu\text{m}/\text{Minute}$) zu der erfindungsgemäßen Feinverteilung der unlöslichen Komponente bei. Dieser Zusammenhang kann in denjenigen Situationen gezielt ausgenutzt werden, in denen keine ausreichenden Mengen Kühlwasser für die Durchführung des Verfahrens zur Verfügung stehen.

In Ausgestaltung dieses Verfahrens ist vorgesehen, daß die verschiedenen Werkstoffe der Gleitschicht, also namentlich das die Matrix bildende und das in der Matrix unlösliche Material, gleichzeitig mittels Kathodenzerstäubungsverfahren auf die Unterlage aufgebracht werden, wodurch die erfindungsgemäße Feinverteilung der unlöslichen Komponente zusätzlich verbessert wird. Dies kann vorzugsweise dadurch erreicht werden, daß mehr als die Hälfte der in dem Verfahren eingesetzten Targets sowohl den Hauptbestandteil der Matrix als auch den in der Matrix unlöslichen Werkstoff enthalten. Entsprechend der Zusammensetzung der gewünschten Gleitschicht kann es sich dabei namentlich um Legierungen mit folgender Zusammensetzung handeln: AlCuSn, AlCuPb, AlSiSn, AlSiPb, AlSiSnPb, CuSn, CuPb, CuSnPb. Um den Sauerstoff- bzw. Oxidgehalt der Gleitschicht unter 0,2 Gewichts-% zu halten, ist es dabei erforderlich, die fraglichen Targets im Vakuum oder unter Inertgasatmosphäre praktisch frei von Sauerstoff zu vergießen.

In einer anderen Ausgestaltung des Verfahrens werden die verschiedenen Komponenten der Gleitschicht zeitlich nacheinander auf die Unterlage aufgebracht. Dazu werden vorteilhafterweise Targets aus den Hauptkomponenten der Gleitschicht, also beispielsweise aus Reinaluminium und Reinzinn, eingesetzt und an verschiedenen Positionen der betreffenden Beschichtungsvorrichtung aufgesputtert. Besonders vorteilhaft kann es dabei sein, für die Erzeugung der Diffusionssperrschicht und der Gleitschicht die gleichen Targets einzusetzen und die beiden unterschiedlichen Schichten unmittelbar nacheinander auf den zu beschichtenden Werkstücken zu bilden. In einer weiteren Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die Temperatur

des Substrates in dem Sinne variiert, daß die matrixbildende Komponente bei höherer Temperatur aufgebracht wird als die in der Matrix unlösliche Komponente. Dies kann in einer weiteren Variante derart geschehen, daß die matrixbildende Komponente der Gleitschicht bei höherer Substrattemperatur zeitlich vor der unlöslichen Komponente aufgebracht wird und die Temperatur während des Beschichtungsvorganges abgesenkt wird. Weitere Variationsmöglichkeiten des erfindungsgemäßen Verfahrens ergeben sich dadurch, daß die Spannung, an die das zu beschichtende Substrat gelegt wird entsprechend den Gegebenheiten des konkreten Anwendungsfalles variiert wird. Dies kann vorteilhafterweise derart geschehen, daß die Komponenten mit den höheren Schmelzpunkten, also etwa die matrixbildende Komponente oder die Hauptkomponente der Diffusionssperrschicht, bei höherer Spannung aufgebracht werden als die in der Matrix unlösliche Komponente mit dem niedrigeren Schmelzpunkt.

Die erfindungsgemäßen Gleitschichten können in Gleitlagern jeder Art erfolgreich eingesetzt werden. Als besonders zweckmäßig hat sich ihre Verwendung in sogenannten Dreistoff- oder Dreischichtlagern bei Lagerbelastungen zwischen 80 N/mm² und 120 N/mm² und bei Lagerrückentemperaturen zwischen 150 und 200°C erwiesen. Unter diesen Bedingungen zeigen die erfindungsgemäßen Schichten auch im Dauerbelastungsversuch nach 720 Stunden keinen meßbaren Verschleiß.

Zwei Ausführungsformen der Erfindung werden im folgenden anhand der Zeichnung näher erläutert. Dabei zeigt

Fig. 1 einen Querschnitt durch einen erfindungsgemäßen Verbundwerkstoff in starker Vergrößerung.

Fig. 2 eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Oberfläche einer erfindungsgemäßen Gleitschicht (b) neben einer konventionellen Gleitschicht (a).

In der Ausführungsform der Fig. 1 ist auf einem Stahlrücken (Grundwerkstoff) 1 eine Trägerschicht 2 aus einem Werkstoff mit Notlaufeigenschaften in einer Schichtdicke von 200 bis 700 µm aufgebracht. Wenn für diese Trägerschicht eine Blei- oder Bleizinnbronze verwendet wird, so erreicht diese Schicht eine Brinellhärte von 50 bis 100 kp/mm².

Auf diese Trägerschicht ist im Kathodenzerstäubungsverfahren eine dünne Diffusionssperrschicht 3 mit einer Schichtdicke von üblicherweise wenigen µm (2 bis 4 µm) aufgebracht. Diese Diffusionssperrschicht 3 besteht vorteilhafterweise aus einem oder mehreren Elementen des matrixbildenden Werkstoffes der Gleitschicht, beispielsweise Nickel, Chrom oder eine Legierung dieser beiden. Über dieser Sperrschicht 3 ist die erfindungsgemäße Gleitschicht 4 durch Kathodenzerstäubung aufgebracht. Die im Vergleich zu herkömmlichen Gleitschichten außerordentlich feine Verteilung der unlöslichen Phase ist aus der rasterelektronenmikroskopischen Aufnahme der Fig. 2 ersichtlich, welche eine Gleitschicht mit einem Gewichtsverhältnis von 80 : 20 : 1 zwischen den Komponenten der Gleitschicht wiedergibt.

Für die Erzeugung der erfindungsgemäßen Verbundwerkstoffe wurde beispielsweise folgende Reaktionsbedingungen eingehalten:

Beispiel 1

Die Beschichtungen wurden in einer an sich bekannten Kathodenzerstäubungsvorrichtung durchgeführt, in welcher ein ringförmiges, dichtes Plasma mittels Ma-

gnetfeld unmittelbar vor der Kathode konzentriert wird. Die Anlage wies eine zylindrische Prozeßkammer auf, an deren Außenseite bis zu maximal vier Quellen von je 322,6 cm² Fläche vertikal montiert werden konnten. Die zu beschichtenden Substrate wurden ebenfalls vertikal auf einem Träger angebracht, der durch einen Drehantrieb rotiert werden konnte, der zwischen 0,2 und 24,5 Umdrehungen pro Minute regelbar war (vgl. beispielsweise BALZERS Produktinformationen BB 800 246 PD/August 1985 sowie BB 800 039 RD/Juli 1985).

Lagerschalen aus unlegiertem Werkzeugstahl (beispielsweise Stoff-Nr. 1162, Kurzname C80W2) wurden in dieser Zerstäubungsanlage bei einer Substrattemperatur von 60°C, einem Druck von 1,2 Pa in Argon, dem 0,8 Volumenprozent Sauerstoff beigemischt wurde, während 8 Stunden beschichtet. Zur Aufrechterhaltung dieser Substrattemperatur wurden 0,024 m³ Kühlwasser pro Stunde und zu beschichtende Lagerschale benötigt. Als Targets wurden einerseits Reinaluminium (99,99) bei einer Spannung von 470 Volt, andererseits eine Zinnbronze der Zusammensetzung SnCu5 bei einer Spannung von 620 Volt eingesetzt. Bei einer Rotation der Substrate mit einer konstanten Umdrehungsgeschwindigkeit von 15 Umdrehungen pro Minute wurde dabei eine Beschichtungsgeschwindigkeit von rund 0,3 µm/Min. entsprechend einer Schichtdicke von rund 150 µm am Ende der Behandlung erreicht.

Die auf diese Weise erzeugte Schicht wies ein Gewichtsverhältnis von Al : Sn : Cu von 80 : 20 : 1 (entsprechend der Zusammensetzung AlSn20Cu1) und einen Oxidgehalt von 0,2 Gewichtsprozent auf. Ihre Brinellhärte betrug 83 und blieb auch nach einer 200stündigen Wärmebehandlung bei 170°C unverändert. Beim Test auf der Lagerprüfmaschine während 250 Stunden, einer Belastung von 70 N/mm² und einer Lagerrückentemperatur von T=160°C zeigten diese Schichten keinen meßbaren Verschleiß.

Beispiel 2

Lagerschalen aus dem gleichen Werkzeugstahl (Stoff-Nr. 1.1625) mit einer im Tauchverfahren aufgetragenen, 200 µm dicken Trägerschicht aus CuPb23Sn4 (Bleibronze) wurden bei einer Substrattemperatur von 30°C und in vollständiger Abwesenheit von Sauerstoff unter ansonsten gleichen Bedingungen wie in Beispiel 1 beschichtet. Die erforderliche Kühlwassermenge betrug dabei 0,035 m³ pro Stunde und zu beschichtende Lagerschale. Zum Aufbringen der Gleitschicht wurden folgende Targets und Leistungsdichten verwendet: 2 Targets AlSi (20 kW/322 cm²), ein Target Zinn (10,3 kW/322 cm²) und ein Target Blei (11 kW/322 cm²). Daraus ergab sich eine Gleitschicht mit der Zusammensetzung AlSi4Sn15Pb10, welche eine Härte von 175 Vickers (HV_{0,1}) aufwies.

Beispiel 3

Lagerschalen mit einer Trägerschicht aus Bleibronze, wie in Beispiel 2 beschrieben, wurden vor dem Aufbringen der Gleitschicht mit einer dünnen Diffusionssperrschicht versehen. Zu diesem Zweck wurden während 12 Minuten und 30°C nur die beiden Targets aus der AlSi-Legierung eingeschaltet (20 kW/322 cm²). Die Schichtdicke der so erzeugten Diffusionssperrschicht betrug rund 2 µm. Anschließend wurden die beiden anderen Targets zugeschaltet und die Beschichtung unter den

gleichen Bedingungen wie in Beispiel 2 abgeschlossen.

Beispiel 4

Die Prozeßbedingungen des Beispiels 3 wurden in dem Sinne variiert, daß zum Aufbringen der Diffusions-sperrschicht aus der AlSi-Legierung das Substrat wäh- rend 12 Minuten nicht gekühlt wurde, wodurch sich eine Substrattemperatur von 200°C einstellte. Anschließend wurden die beiden anderen Targets zugeschaltet und die Kühlung derart geregelt, daß die Substrattempera- tur auf 80°C abfiel. Die Beschichtung wurde im übrigen unter den Bedingungen des Beispiels 2 fortgesetzt.

Beispiel 5

Die Bedingungen des Beispiels 1 wurden in dem Sinne variiert, daß von einer Substrattemperatur von 20°C ausgegangen wurde und diese während des Aufbringens der Gleitschicht durch entsprechende Regelung der Kühlleistung kontinuierlich auf 190°C erhöht wurde. Daraus ergab sich eine Gleitschicht mit gegen die Ober- fläche zunehmender mittlerer Partikelgröße der unlösli- chen Komponente und dementsprechend kontinuierlich abnehmender Härte.

Beispiel 6

Die Prozeßbedingungen der Beispiele 2 und 3 wurden dahingehend variiert, daß die Diffusionssperrschicht bei 50°C und einer Substratspannung von - 200 Volt auf- gestäubt wurde, die Gleitschicht dagegen mit Hilfe der vier verschiedenen Targets bei einer Substratspannung von - 40 Volt. Die Zusammensetzung der Gleitschicht entsprach derjenigen des Beispiels 2 (AlSi4Sn15Pb10) mit einer leicht gesteigerten Härte von rund 180 Vickers (HV_{0,1}).

Beispiel 7

Auf eine Diffusionssperrschicht aus NiCu30 mit einer Schichtdicke von 1,5 µm wurde eine Gleitschicht der ungefähren Zusammensetzung AlSn20Cu1 unter den Bedingungen des Beispiels 1 in völliger Abwesenheit von Sauerstoff aufgebracht. Um die Porosität der Gleit- schicht zu vermindern, wurde dabei eine Substrattem- peratur von 130°C aufrechterhalten und die Substrat- spannung während der Behandlungsdauer von insge- samt 50 Minuten kontinuierlich von - 40 Volt auf - 180 Volt erhöht. Die derart erzeugten Schichten wies- sen gegenüber denjenigen des Beispiels 1 eine erhöhte Korrosionsbeständigkeit auf.

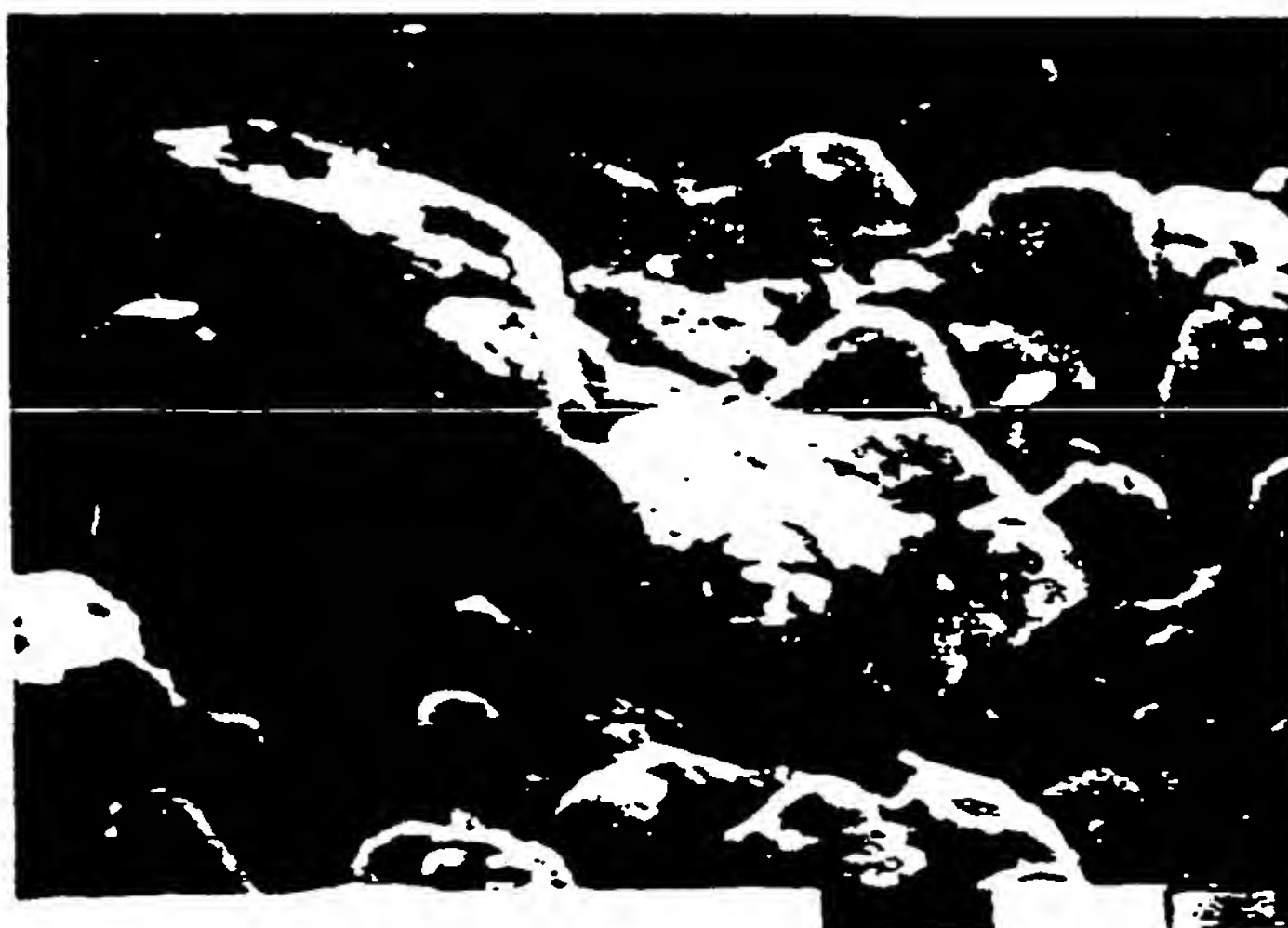
Hierzu 2 Blatt Zeichnungen

55

60

65

(a)



(b)



Fig. 2

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record.

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☒ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.